

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-242731

(43)Date of publication of application : 19.09.1995

(51)Int.Cl. C08G 59/24
 C08G 59/18
 C08G 59/62
 C08L 63/00
 C08L 63/00
 H01L 23/29
 H01L 23/31

(21)Application number : 06-034308

(71)Applicant : SUMITOMO BAKELITE CO LTD

(22)Date of filing : 04.03.1994

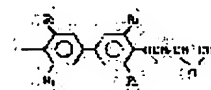
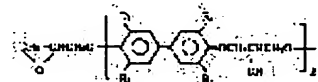
(72)Inventor : TAKASU NOBUTAKA

(54) EPOXY RESIN COMPOSITION FOR SEMICONDUCTOR SEALING

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an epoxy resin composition for semiconductor sealing which gives a package excellent in resistance to cracking caused by immersion in solder and in moisture resistance by using as essential ingredients a given epoxy resin, a given hardener, a curing accelerator, an inorganic filler, and a silane coupling agent to produce a composition regulated to have a specific weight loss.

CONSTITUTION: This composition comprises as essential components: an epoxy resin at least 50wt.% of which is accounted for by an epoxy resin represented by formula I (wherein R1 is H, a 1-5C alkyl, or a halogen and I is 0-5); a phenolic resin hardener at least 50wt.% of which is accounted for by a phenolic resin represented by formula II [wherein R2 is H or a 1-5C alkyl and m and n each is 0, 1, or larger, provided that $1 \leq (m+n) \leq 6$]; a curing accelerator (e.g. triphenylphosphine); an inorganic filler (e.g. fused-silica particles) in an amount of 70-94wt.% based on the composition; and a silane coupling agent. It has a weight loss through 150-200° C heating of 2,000 wt.ppm or lower.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.12.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 07.05.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 7 - 2 4 2 7 3 1

(43) 公開日 平成7年(1995)9月19日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C O 8 G	59/24	N H Q		
	59/18	N K K		
	59/62	N J R		
C O 8 L	63/00	N K T		

8617-4 M

H O 1 L 23/30

R

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L

(全 9 頁)

最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-34308

(22) 出願日 平成6年(1994)3月4日

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社

東京都品川区東品川2丁目5番8号

(72) 発明者 高須 信孝

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住友
ベークライト株式会社内

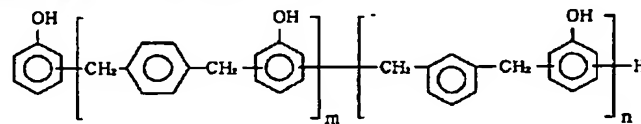
(54) 【発明の名称】 半導体封止用エポキシ樹脂組成物

(57) 【要約】

【目的】 3, 3', 5, 5' -テトラメチルビフェノールジグリシジルエーテルを総エポキシ樹脂量中に 50 %以上、下記式で示されるフェノール樹脂硬化剤を総フェノール樹脂量中に 50 %以上、総エポキシ樹脂組成物中に 70 ~ 94 重量%の無機質充填剤、硬化促進剤、シ*

*ランカップリング剤を必須とするエポキシ樹脂組成物において、総エポキシ樹脂組成物を 150℃~200℃で熱処理を行った際の重量減少率が 2000 ppm以下である半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

【化 1】



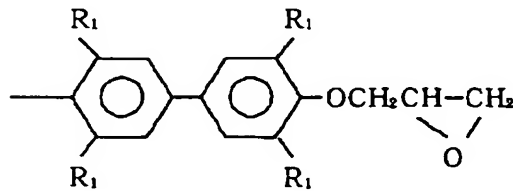
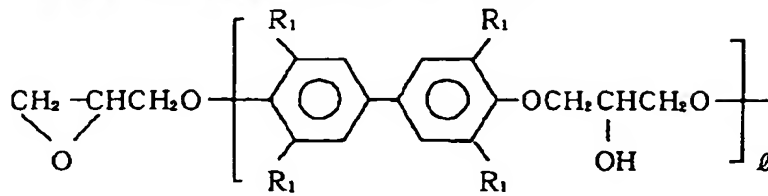
【効果】 成形品パッケージ中にピンホール・ボイドが殆ど発生せず、さらにリードフレームやチップと封止材料との界面の濡れ性が向上し、これら界面の接着性が向

上するため、半田浸漬時の耐パッケージクラック性や耐湿信頼性を向上できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 式 (1) で示されるエポキシ樹脂を総エポキシ樹脂量中に 50 重量%以上含むエポキシ樹*

* 脂、
【化1】



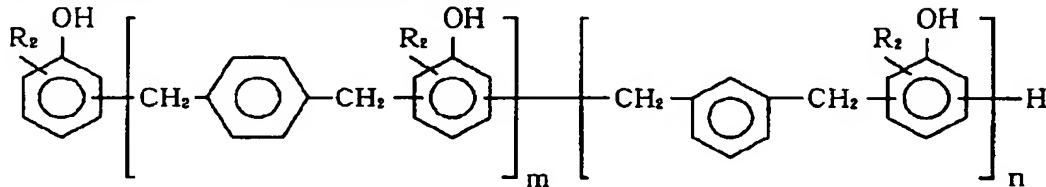
(1)

(R₁は水素、炭素数 1~5 のアルキル基、ハロゲン原子の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、1 は 0、または 1 以上、5 以下の整数)

※エノール樹脂硬化剤量中に 50 重量%以上含むフェノール樹脂硬化剤、

20 【化2】

(B) 式 (2) で表されるフェノール樹脂硬化剤を総フ※



(2)

(R₂は水素、炭素数 1~5 のアルキル基の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、mおよびnは 0、または 1 以上の整数であり、かつm+nは 1 以上、6 以下の整数)

(C) 硬化促進剤、(D) 総樹脂組成物中に 70~94 重量%含む無機質充填材、(E) シランカップリング剤を必須成分とするエポキシ樹脂組成物において、総エポキシ樹脂組成物を 150~200℃で熱処理を行った際の重量減少率が 2000 重量 ppm 以下であることを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は成形性、半田耐熱性、耐湿信頼性に優れた半導体封止用エポキシ樹脂組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】IC、LSI等の半導体素子の封止方法としてエポキシ樹脂のトランスファー成形による方法が低コスト、大量生産に適した方法として採用され、信頼性の面でもエポキシ樹脂や硬化剤であるフェノール樹脂

の改良により向上が図られてきた。しかし、近年の電子機器の小型化、軽量化、高性能化の市場動向において、半導体の高集積化も年々進み、また半導体パッケージの表面実装化が促進されるなかで、半導体封止材料への要求は益々厳しいものとなってきている。このため、従来の封止材料では解決できない問題点もでてきている。

【0003】1 番目の問題としては、パッケージの薄型化に伴い、パッケージ中に占める半導体封止材料の厚みが一段と薄くなってきたことであり、例えば 1 mm 厚の T SOP 等の場合、チップの上面に形成される封止材料の厚みは 0.2~0.3 mm 程度となる。このために、半導体封止材料中にピンホールやボイド(空洞)が存在すると耐湿信頼性、電気絶縁性が著しく低下してしまう。ピンホール・ボイドに関しては従来より、タブレット変形や流動樹脂の乱流による成形時のエアの巻き込み、あるいはタブレット中に含まれる水分が原因として考えられてきた(特開昭 63-237910 号公報、特開昭 64-61028 号公報、特開平 1-129424 号公報等)。しかし、エアの巻き込み防止やタブレット吸湿の防止等の従来の手法では、確かにピンホール・

ボイドを低減できる効果があるが、皆無とならず、特に薄型パッケージで問題となる0.2mm以下のピンホール・ボイドを発生させないための更なる改良が望まれている。

【0004】2番目の問題点としては、半導体パッケージの表面実装の採用によりパッケージが半田浸漬、あるいはリフロー工程で急激に200℃以上の高温にさらされ、このためにパッケージが割れたり、チップと封止樹脂との界面剥離が生じて耐湿性が低下したりするという半田耐熱性がある。この半田耐熱性の向上に関しては耐熱エポキシ樹脂の使用、半田浸漬時の応力低減やリードフレーム、チップとの接着性向上のための可撓性樹脂の使用、接着性付与成分の添加、熱膨張係数を小さくするための無機質充填材の配合量の増量、あるいはシリカへのシランカップリング剤の処理条件の改良等数多くの提案がなされてきている。しかし、パッケージクラックやチップと封止樹脂との界面剥離はいずれも封止樹脂とリードフレーム、または封止樹脂とチップとの接着力の低いことが原因であり、しかもこの接着力の低さは成形時の封止樹脂のチップ、リードフレーム界面への濡れ性の低下も要因の一つと考えられる。根本的に濡れ性の低下*

*を改良しなければ、上記諸提案の効果が十分に得ることができない。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】半導体パッケージ成形時のピンホール・ボイドの発生及びチップ・リードフレーム界面での接着力の低下の原因につき種々の検討を行った結果、半田浸漬時に発生する熱応力を効果的に低減できる樹脂組成物において、さらに封止樹脂組成物に含まれる揮発成分をある一定量以下にすることで、飛躍的に特性が向上することを見いだした。即ち本発明は、ピンホールやボイドの発生及び表面実装化における半田処理工程での信頼性低下の両者のいずれをも防止することができる半導体封止用エポキシ樹脂組成物を提供するものである。

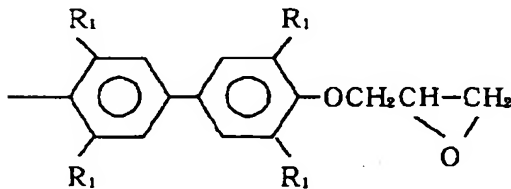
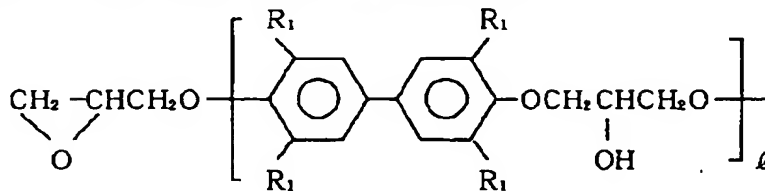
【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、(A)式

(1)で示されるエポキシ樹脂を総エポキシ樹脂量中に50重量%以上含むエポキシ樹脂、

【0007】

【化3】



(1)

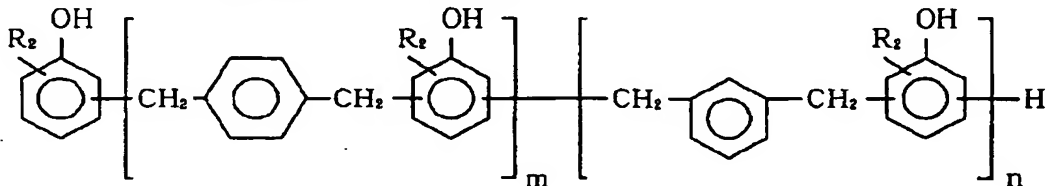
(R₁は水素、炭素数1～5のアルキル基、ハロゲン原子の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、1は0、または1以上、5以下の整数)

【0008】(B)式(2)で表されるフェノール樹脂※

※硬化剤を総フェノール樹脂硬化剤量中に50重量%以上含むフェノール樹脂硬化剤、

【0009】

【化4】



(2)

(R₂は水素、炭素数1～5のアルキル基の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、mおよびnは

0、または1以上の整数であり、かつm+nは1以上、6以下の整数)

【0010】(C)硬化促進剤、(D)総樹脂組成物中に70～94重量%含む無機質充填材、(E)シランカップリング剤を必須成分とするエポキシ樹脂組成物において、総エポキシ樹脂組成物を150～200℃で熱処理を行った際の重量減少率が2000重量ppm以下であることを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物である。

【0011】以下に本発明を詳細に説明する。本発明に用いられる式(1)のエポキシ樹脂は1分子中にビフェニル構造と2個のエポキシ基を有する2官能性エポキシ樹脂で、硬化物の半田浸漬温度での弾性率が従来の多官能性エポキシ樹脂に比べ著しく低く、また熔融粘度が低いため、無機質充填材を多く配合することができる。このため低吸水性、低応力化が図られ、耐半田ストレス性に優れるエポキシ樹脂組成物を得ることができる。このビフェニルエポキシ樹脂の使用量は、これを調節することにより耐半田ストレス性を最大限に引き出すことができる。耐半田ストレス性の効果をだすためには、式

(1)で示されるビフェニルエポキシ樹脂を総エポキシ樹脂量の50重量%以上、好ましくは70重量%以上の使用が望ましい。50重量%未満では半田浸漬時の熱応力の低減が不充分である。

【0012】式(1)の R_1 は水素、炭素数1～5のアルキル基、ハロゲン原子の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、1は0、または1以上、5以下の整数である。 R_1 としては、メチル基が好ましい。炭素数が5を越えるアルキル基だと硬化性が劣る傾向にある。また、1の値は0、または1以上、5以下の整数であり、かつその混合物であるが、1の値が0である成分の割合が90重量%以上であることが流動性の点から好ましい。式(1)のビフェニルエポキシ樹脂と併用可能なエポキシ樹脂とはエポキシ基を有するモノマー、オリゴマー、ポリマー全般を指し、例えばビスフェノールA型エポキシ樹脂、オルソクレゾール型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂、トリフェノールメタン型エポキシ樹脂、ハイドロキノン型エポキシ樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらのエポキシ樹脂は単独もしくは併用しても差し支えない。

【0013】本発明の式(2)で示されるフェノール樹脂硬化剤はp-および/またはm-キシリレン構造を含む樹脂であり、通常はフェノール類とp-キシリレンジリコールジメチルエーテルおよび/またはm-キシリレンジリコールジメチルエーテルとの重縮合反応により合成される。この構造のフェノール樹脂は通常はフェノールノボラック樹脂に比べ、熱時の低弾性率化、基材との高密着性、低吸水性などの長を有し、半田浸漬時の熱応力の低減とパッケージクラック発生の防止に効果的である。このキシリレン変性フェノール樹脂硬化剤の使用量は、これを調整することにより半田耐熱性を最大限に引

き出すことができる。このためには式(2)で示されるフェノール樹脂硬化剤を50重量%以上、好ましくは70重量%以上の使用が望ましい。 R_2 は水素、炭素数1～5のアルキル基の群から選択される同一もしくは異なる原子または基、mおよびnは0、または1以上の整数であり、かつm+nは1以上、6以下の整数であり、 R_2 は、水素が好ましい。炭素数が5を越えるアルキル基だと硬化性が劣る傾向にある。

【0014】また、p-キシリレン構造とm-キシリレン構造の比率は特に限定されるのではなく、p-キシリレン構造、m-キシリレン構造のそれぞれの単独の樹脂であっても、あるいはそれぞれ単独の樹脂の併用であっても、または1分子中にp-キシリレン構造とm-キシリレン構造とが共存していてもなら差し支えない。m+nの値は1以上、6以下で、6を越えると流動性が低下し、成形性が悪くなる。

【0015】式(2)で示されるフェノール樹脂硬化剤と併用可能なフェノール樹脂硬化剤としては、エポキシ樹脂と硬化反応を行い架橋構造を形成することができるフェノール性水酸基を有するモノマー、オリゴマー、ポリマー全般を指し、具体的には、フェノールノボラック樹脂、テルペン変性フェノール樹脂、ジシクロペンタジエン変性フェノール樹脂、ビスフェノールA、トリフェノールメタンなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。これらのフェノール樹脂硬化剤も単独もしくは併用しても差し支えない。

【0016】本発明の硬化促進剤は、前記エポキシ樹脂とフェノール樹脂硬化剤との架橋反応をそくしんするものを指し、具体的には1, 8-ジアザビシクロウンデセン等のアミン系化合物、トリフェニルホスフィン等の有機ホスフィン化合物、2-メチルイミダゾール等のイミダゾール化合物等が例示できる。これらの硬化促進剤は単独であっても、また併用であっても差し支えない。

【0017】本発明の無機質充填材は、熔融シリカ粉末、結晶シリカ粉末、アルミナ、窒化珪素等が挙げられる。これら無機質充填材の配合量は成形性と半田耐熱性とのバランスから総エポキシ樹脂組成物中に70から94重量%、好ましくは80から94重量%含むものが望ましい。特に充填材量の多い配合では、球状の熔融シリカを用いるのが一般的である。

【0018】本発明のシランカップリング剤は、具体的にはγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン等が挙げられるが、これに限定するものでなく、またこれらの単独、併用のどちらでも差し支えない。本発明のエポキシ樹脂組成物は式(1)のエポキシ樹脂、式(2)のフェノール樹脂硬化剤、硬化促進剤、無機質充填材及びシランカップリング剤を必須成分とするが、これ以外にも必要に応じて臭素化エポキシ樹脂、三酸化アンチモ

ン等の難燃剤、カーボンブラックに代表される着色剤、天然ワックス及び合成ワックス等の離型剤、シリコンオイル等の低応力添加剤を適宜配合しても差し支えない。成形材料化するに際しては、加熱ニーダーや熱ロールにより全成分を加熱混練し、続いて冷却、粉碎することで目的とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物が得られる。この粉状の組成物をタブレットに打錠する。本発明ではタブレットの形状は特に限定するものではない。本発明はタブレットで保管した場合の揮発分が2000重量ppm以下であることが必要である。

【0019】本発明の重要な点は、半導体封止用エポキシ樹脂組成物を150～200℃の温度範囲で熱処理した際の重量減少率を総エポキシ樹脂組成物に対して2000重量ppm以下、さらに好ましくは1000重量ppm以下に抑えることである。一般に半導体封止用エポキシ樹脂組成物の原料の有機成分であるエポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤、シランカップリング剤等は、その製造工程、保管工程で空気中の水分を吸湿しており、さらにこれら原料と無機質充填材等とを加熱混練して製造されるエポキシ樹脂組成物においても、その製造工程、保管工程において水分を吸湿する。

【0020】この吸湿水分が成形性や半田耐熱性の低下の原因となることは既に多くの報告がある。そしてその対策として、露点-10℃以下の乾燥空気中で乾燥させる、密閉された保管場所で減圧処理を施し水分を気化、乾燥させる、あるいはシリカゲル、五酸化燐等の乾燥剤を用いて水分を乾燥剤に吸着させる等、多くの提案がなされており、これらの方法により封止材組成物に残存する水分の量を実質的に殆どゼロとすることが可能である。これにより成形時の揮発成分が顕著に減少するため、成形品中のピンホール・ボイドの数を減少させたり、あるいは揮発ガスの発生による樹脂組成物とチップ、リードフレームとの界面の濡れ性が低下することにより起因する密着性低下を改善するのに効果は認められる。しかしながら、先に述べたように最近の半導体パッケージの薄型化及び苛酷な半田処理条件においてはこれだけでは不十分となってきたことも事実である。

【0021】この原因としてはエポキシ樹脂組成物中に含まれる揮発性有機成分が、先に述べたような水分除去の方法では殆ど除去できないためであり、このため成形温度において気化・揮発する有機成分によってピンホール・ボイドの生成やチップ・リードフレームと封止材料界面の濡れ性、延いては接着力の低下を起こしているためである。ここでいうエポキシ樹脂組成物中に含まれる揮発性有機成分とは、成形時に気化、揮発する有機化合物を指し、さらに詳しく言えば、150～200℃の温度範囲において熱処理することにより揮発する有機成分のことである。

【0022】これらの揮発性有機成分は主に以下の二つの理由によりエポキシ樹脂組成物中に残存すると考えら

れる。

(1) エポキシ樹脂組成物中のエポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤成分の製造工程で使用した沸点250℃以下の有機物成分が除去しきれずに残存したもの。揮発性有機成分の例としては、トルエン（沸点110℃）、アセトン（沸点56℃）、メチルエチルケトン（沸点80℃）、メチルイソブチルケトン（沸点117℃）、ジメチルスルフォキシド（沸点189℃）、 α -クレゾール（沸点191℃）、フェノール（沸点182℃）等が挙げられる。

(2) エポキシ樹脂組成物の製造工程中および保管中に無機質充填材の水酸基とシランカップリング剤のアルコキシ基とが反応することにより生成するアルコール成分。（代表的なものとしてはメタノール、エタノールが挙げられる。）

【0023】これら揮発性有機成分を低減し、さらに同時に原料中に吸湿により含まれた水分を低減する方法として、以下の三つの方法が工業的には重要である。

① 使用する原料のエポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤等を予め減圧下加熱することで、残存する有機揮発成分及び原料中に吸湿している水分を除去する方法。この場合、加熱温度は樹脂の軟化温度以上の温度、好ましくは150～250℃の温度とし、真空度50mmHg以下で攪拌しながら処理することで効果が得られる。

② 無機質充填材を予めシランカップリング剤で被覆処理した後、加熱することで両者の反応を完結させるとともに、反応生成物であるアルコールを除去する。また、同時に原料の無機質充填材に吸湿されていた水分を除去する。このシランカップリング剤処理無機質充填材をエポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤、硬化促進剤等と加熱混練することでエポキシ樹脂組成物とする方法。従来より、シリカに代表される無機質充填材とシランカップリング剤とを予め被覆、反応させる方法は提案されているが、この場合重要なのはその反応させるための温度と時間である。本発明の150～200℃の範囲での揮発成分の量を2000重量ppm以下に抑えるためには、シランカップリング剤被覆無機質充填材の加熱処理条件を200℃では30分以上、150℃では8時間以上、100℃では24時間以上が望ましい。

③ 成形材料化に際して行う加熱混練工程において、ニーダー等の混練機を真空ポンプにより脱気し、減圧状態とすることでエポキシ樹脂組成物の加熱熔融混練と同時に水分や低沸点の揮発性有機成分を除去する方法。この場合、通常加熱混練されるエポキシ樹脂組成物の熔融混練時の温度は80～150℃の範囲とし、その際に脱気による減圧度は200mmHg以下とすることが望ましい。本発明の、150～200℃での熱処理においての重量減少率を2000重量ppm以下に抑えるためには、先に述べた吸湿水分を低減させるための諸方法や、揮発性有機物質及び吸湿水分を低減させる

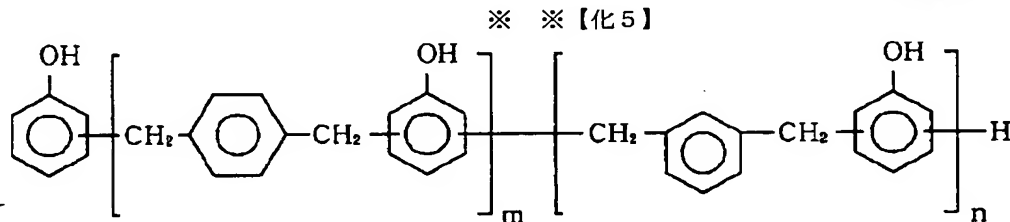
①から③までの方法を適宜組み合わせることが必要である。150～200℃での熱処理においての重量減少率を2000重量ppm以下に抑えることにより、揮発成分に起因するピンホール・ボイドの発生を低減すると共に、更にリードフレームやチップとの接着力の低下も防止することができ、半田浸漬時の熱応力によるパッケージクラックや耐湿性等の信頼性の低下を防止することができる。

【0025】なお、重量減少率の測定温度範囲を150～200℃としたのは、本発明のエポキシ樹脂組成物の成形温度が実質的にこの温度範囲内であり、成形時の揮発成分と成形性、信頼性とに大きな相関があるからである。200℃より高い温度での揮発成分には樹脂成分の分解物や原料中の高沸点成分などが含まれるため、通常この温度での揮発分量は成形時の揮発分量よりも多いが、成形性、信頼性と相関は認められない。また一方、150℃未満の温度範囲での揮発分量では、成形温度の揮発分量を充分に予測することができない。エポ*

3, 3', 5, 5'-テトラメチルピフェノールジグリシジルエーテル (融点 103℃、エポキシ基当量195)

式(3)で示されるフェノール樹脂硬化剤 (軟化温度70℃、水酸基当量175)

【0027】



(3)

(ここで、 m/n は1/1、かつ $m+n=1$ を1としたときに、 $m+n=2$ は4、5、 $m+n=3$ は0.8、 $m+n=4$ は0.2、 $m+n=5$ は0.1、 $m+n \geq 6$ は★

トリフェニルホスフィン

溶融シリカ粉末

γ-アミノプロピルトリエトキシシラン

三酸化アンチモン

臭素化ビスフェノールA型エポキシ樹脂

カルナバワックス

カーボンブラック

0.2重量部

86.0重量部

0.5重量部

1.0重量部

1.0重量部

0.5重量部

0.3重量部

上記配合でエポキシ樹脂組成物を製造するにあたって、予め3, 3', 5, 5'-テトラメチルピフェノールジグリシジルエーテル、式(3)のフェノール樹脂硬化剤をそれぞれ別々に150℃に加熱し、20mmHg減圧下30分間攪拌し、揮発成分を除去した。また、予めミキサーで溶融シリカ粉末とγ-アミノプロピルトリエトキシシランとを10分間混合後、これを150℃で8時間加熱処理を行った。次に全配合原料をミキサーにより

*キシ樹脂組成物の150～200℃での温度範囲における重量減少率は、タブレット状の成形材料を再度粉碎し、3mmφのスクリーンで篩分けを行いスクリーンを通過した粉碎粒子100gをガラス製のシャーレに厚みが3mm以下となるように敷き詰め、一定温度のオープン中で一定時間放置した後、その処理前後での重量変化を測定することで簡単に求めることができる。通常揮発分の測定のために要するオープン中での熱処理時間は30分間から3時間で充分である。また、エポキシ樹脂組成物中に残存する揮発性有機物質のみを定量しようとする場合は、種々の方法があるが、比較的簡便なものとしてはガスクロームマススペクトル法、熱重量天秤-マススペクトル法が挙げられる。これらはエポキシ樹脂組成物の試料を150～200℃の温度に加熱し、発生する揮発成分をマススペクトルにて同定、定量する測定方法である。

【0026】以下本発明を実施例で具体的に説明する。

実施例1

★0の割合で含まれる混合物である)

【0028】

混合した後、バレル温度100℃で、真空ポンプにより150mmHgの減圧条件下の2軸ニーダーで加熱混練を行った。混練物をシーティングロールで2mm厚のシート状にし、さらに冷却後粉碎して封止材料とした。得られたエポキシ樹脂組成物をタブレット打錠した後、露点-10℃の乾燥空気で24時間処理し、この処理されたタブレット10kg及び包装されたシリカゲル20gをポリエチレン製の袋に密閉して保管した。

【0029】実施例2

実施例1と全く同様の配合で、かつ実施例1と全く同様の製造条件で封止材料を製造した。得られたエポキシ樹脂組成物をタブレット打錠した後、乾燥空気では処理せず、タブレット10kg及び包装されたシリカゲル20gをポリエチレン製の袋に密閉して保管した。

実施例3

実施例1の配合において、予めミキサーで溶融シリカ粉末とγ-アミノプロピルトリエトキシシランとを10分間混合後、これを100℃で24時間加熱処理を行っ

10 この処理シリカと実施例1の他の配合物とをミキサーで混合した後、バレル温度100℃の2軸ニーダーにて加熱混練した。このとき2軸ニーダーの減圧脱気は行わなかった。混練物を実施例1同様シート化、粉碎して封止材料を得た。実施例1と同様に、タブレット打錠、乾燥空気による水分除去、密閉包装を行い保管した。

【0030】実施例4～6

表1に示す配合で実施例1と同様、エポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤をそれぞれ別々に150℃に加熱し、20mmHg減圧下30分間攪拌し、揮発成分を除去した。また、予めミキサーで溶融シリカ粉末と、γ-アミノプロピルトリエトキシシランとを10分間混合後、これを150℃で8時間加熱処理を行った。次に全配合原料をミキサーにより混合した後、バレル温度100℃

20 で、真空ポンプにより150mmHgの減圧条件下の2軸ニーダーで加熱混練を行った。混練物をシーティングロールで2mm厚のシート状にし、さらに冷却後粉碎して、封止材料とした。得られたエポキシ樹脂組成物をタブレットに打錠した後、露点-10℃の乾燥空気

30 で24時間処理し、この処理されたタブレット10kg及び包装されたシリカゲル20gをポリエチレン製の袋に密閉して保管した。

【0031】比較例1

表2の配合で、全配合原料をミキサーで混合した後、バレル温度100℃の2軸ニーダーにて加熱混練した。このとき2軸ニーダーの減圧脱気を行わなかった。混練物を実施例1同様シート化、粉碎して封止材料を得た。実施例1と同様に、タブレット打錠、乾燥空気による水分除去、密閉包装を行い保管した。

比較例2

表2の配合で、実施例3と全く同様の製造条件で封止材料を製造した。得られたエポキシ樹脂組成物をタブレット打錠した後、乾燥空気では処理せず、タブレット10kgをポリエチレン製の袋に密閉して保管する際にもシリカゲルを使用しなかった。

【0032】比較例3～5

表2に示す配合で実施例1と同様に、エポキシ樹脂、フェノール樹脂硬化剤をそれぞれ別々に150℃に加熱し、20mmHg減圧下30分間攪拌し、揮発成分を除去した。また予めミキサーで溶融シリカ粉末とγ-アミノプロピルトリエトキシシランとを十分混合後、これを150℃で8時間加熱処理を行った。全配合原料をミキサーにより混合した後、実施例1と同様バレル温度100℃で、真空ポンプにより150mmHgの減圧条件下の2軸ニーダーで加熱混練を行い、さらに混練物をシーティングロールで2mm厚のシート状にし、さらに冷却後粉碎して、封止材料とした。得られたエポキシ樹脂組成物をタブレットに打錠した後、露点-10℃の乾燥空気

40 で24時間処理し、この処理されたタブレット10kg及び包装されたシリカゲル20gをポリエチレン製の袋に密閉して保管した。上記実施例及び比較例の各成形材料のタブレットを2週間保管後、以下の評価を実施した。タブレットを粉碎し、3mmφのスクリーンで篩分けを行った。スクリーンを通過した粉碎粒子100gをガラス製のシャーレに厚みが3mm以下となるように敷き詰め、このシャーレを175℃のオーブン中に2時間放置し、熱処理前後の重量変化を測定し、全エポキシ樹脂組成物に対する比率で重量減少率を表した。なお、参考までに175℃で30分間熱処理した際に発生する揮発性有機成分の同定と定量をガスペクトル質量分析装置を用いて行った。

【0033】また、上記各成形材料を用いて80pQFPパッケージ（パッケージサイズは14×20mm、厚み1.5mm、チップサイズは9×9mm）を175℃の金型温度、75kgf/cm²の圧力で2分間成形し、さらに175℃で8時間の後硬化を行った。

ボイド数：上記の成形品パッケージを超音波探傷装置を用いて観察し、0.1mmφ以上の内部のボイド数（個数/パッケージ）で表現した。

半田クラック数：上記の成形品パッケージを85℃、85%RHの環境下で168時間放置し、その後260℃の半田槽に10秒間浸漬した。顕微鏡でパッケージを観察し、外部クラック数（クラック発生パッケージ数/全パッケージ数）で表現した。

耐湿信頼性：上記の成形品パッケージを85℃、85%RHの環境下で24時間放置し、その後260℃の半田槽に10秒間浸漬した。次にこのパッケージに125℃、2.3気圧のPCT処理を行い、不良率が50%となる迄のPCT処理時間を耐湿信頼性として表現した。これらの結果を表1、表2に示す。

【0034】

【表1】

表 1

	実施例					
	1	2	3	4	5	6
*1	4.2	4.2	4.2	4.8	2.2	2.6
*2	0	0	0	0	2.0	2.2
式(3)のフェノール樹脂	4.3	4.3	4.3	1.9	4.3	2.0
*3	0	0	0	1.8	0	1.7
トリフェニルホスフィン			0.2			
溶融シリカ粉末			86.0			
γ-アミノプロピルトリエトキシシラン			0.5			
三酸化アンチモン			1.0			
*4			1.0			
カルナバワックス			0.5			
カーボンブラック			0.3			
揮発分の低減方法						
樹脂の減圧加熱処理	○	○	—	○	○	○
シリカ/カップリング剤の加熱処理	○	○	○	○	○	○
加熱混練時の減圧	○	○	—	○	○	○
タブレットの乾燥空気処理	○	—	○	○	○	○
タブレット保管時のシリカゲルの有無	○	○	○	○	○	○
重量減少率(ppm)	950	1460	1210	880	930	1050
有機物の揮発分量 (ppm)	トルエン	30	28	186	31	28
	エタノール	25	26	25	29	30
	フェノール	1	1	5	1	1
ボイド数(個数/パッケージ)	0	5	3	2	1	1
半田クラック数	0/10	0/10	0/10	0/10	0/10	0/10
耐湿信頼性(時間)	>1000	>1000	>1000	>1000	>1000	>1000

*1: 3, 3', 5, 5'-テトラメチルピフェノールジグリシジルエーテル、*2: オルソクレゾールノボラックエポキシ樹脂(エポキシ当量200、軟化温度65℃)、*3: フェノールノボラック樹脂(水酸基当量104、軟化温度100℃)、*4: 臭素化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、

【0035】

* * 【表2】

表 2

	比較例				
	1	2	3	4	5
*1	4.2	4.2	4.9	1.7	0
*2	0	0	0	2.5	5.4
式(3)のフェノール樹脂	4.3	4.3	1.5	4.3	0
*3	0	0	2.1	0	3.1
トリフェニルホスフィン			0.2		
溶融シリカ粉末			86.0		
γ-アミノプロピルトリエトキシシラン			0.5		
三酸化アンチモン			1.0		
*4			1.0		
カルナバワックス			0.5		
カーボンブラック			0.3		
揮発分の低減方法					
樹脂の減圧加熱処理	—	—	○	○	○
シリカ/カップリング剤の加熱処理	—	○	○	○	○
加熱混練時の減圧	—	—	○	○	○
タブレットの乾燥空気処理	○	—	○	○	○
タブレット保管時のシリカゲルの有無	○	—	○	○	○
重量減少率(ppm)	2510	3200	1310	1400	1090
有機物の揮発分量 (ppm)	トルエン	390	376	26	30
	エタノール	970	23	25	20
	フェノール	7	7	0	1
ボイド数(個数/パッケージ)	42	32	0	1	1
半田クラック数	3/10	2/10	5/10	8/10	10/10
耐湿信頼性(時間)	600	700	400	380	250

*1: 3, 3', 5, 5'-テトラメチルピフェノールジグリシジルエーテル、*2: オルソクレゾールノボラックエポキシ樹脂(エポキシ当量200、軟化温度65℃)、*3: フェノールノボラック樹脂(水酸基当量104、軟化温度100℃)、*4: 臭素化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、

【0036】

【発明の効果】本発明に従うと、特定のエポキシ樹脂と特定のフェノール樹脂硬化剤とを組み合わせ、半田処理時の熱応力を低減することで半田クラックを向上することができる。さらに、半導体封止用エポキシ樹脂組成物に含まれる水分及び揮発性有機物質の量を非常に少ないレベルにすることにより、半導体封止を目的とする

成形の際に発生する揮発分が極めて少ない。このため、成形品パッケージ中にピンホール・ボイドが殆ど発生せず、さらにリードフレームやチップと封止材料との界面の濡れ性が向上することにより、これら界面の接着性が向上するため、半田浸漬時の耐パッケージクラック性及び耐湿信頼性を向上できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

C O 8 L 63/00

H O 1 L 23/29

23/31

識別記号

N K X

庁内整理番号

F I

技術表示箇所